This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

PCT

ORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIETE INTELLECTUELLE



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

| (51) Classification internationale des brevets ⁶ : | | (11) Numéro de publication internationale: | WO 98/37958 | | | |
|---|--|--|-------------|--|--|--|
| B01J 3/00, C23C 28/02, H01J 7/18, C23C 14/56 | | (43) Date de publication internationale: 3 septembre 1998 (03.09.98) | | | | |
| | | | | | | |

FR

- (21) Numéro de la demande internationale: PCT/EP98/00978
- (22) Date de dépôt international: 20 février 1998 (20.02.98)

26 février 1997 (26.02.97)

- (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): ORGANISA-TION EUROPEENNE POUR LA RECHERCHE NUCLE-
- AIRE [CH/CH]; CH-1211 Genève 23 (CH).
- (72) Inventeur; et

(30) Données relatives à la priorité:

97/02305

- (75) Inventeur/Déposant (US seulement): BENVENUTI, Cristoforo [IT/FR]; 7, lotissement Bellevue, F-01280 Moëns (FR).
- (74) Mandataires: GORREE, Jean-Michel etc.; Cabinet Plasseraud, 84, rue d'Amsterdam, F-75440 Paris Cedex 09 (FR).
- (81) Etats désignés: AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, GH, GM, GW, HU, ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée

Avec rapport de recherche internationale. Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si de telles modifications sont reçues.

- (54) Title: ARRANGEMENT AND METHOD FOR IMPROVING VACUUM IN A VERY HIGH VACUUM SYSTEM
- (54) Titre: AGENCEMENT ET PROCEDE POUR AMELIORER LE VIDE DANS UN SYSTEME A VIDE TRES POUSSE

(57) Abstract

The invention concerns an arrangement for improving vacuum in a very high vacuum system (ultrahigh vacuum) comprising a metal chamber releasing gas at its surface, consisting of a coating deposited on at least almost the whole surface of the metal wall defining the chamber. The invention is characterised in that the coating further comprises at least an undercoat of non-evaporating getter deposited on said surface of the metal wall defining the chamber and, on this undercoat, at least a thin film of at least a catalyst selected among ruthenium and/or rhodium and/or palladium and/or osmium and/or iridium and/or platinum and/or an alloy containing at least one of those.

(57) Abrégé

Agencement permettant d'améliorer le vide dans un système à vide très poussé (ultravide) comprenant une enceinte métallique susceptible de relâcher du gaz à sa surface, consistant en un revêtement déposé sur au moins la quasi totalité de la surface de la paroi métallique définissant l'enceinte, caractérisé en ce que le revêtement comprend en outre au moins une sous-couche de getter non évaporable déposée sur ladite surface de la paroi métallique définissant l'enceinte et, sur cette sous-couche, au moins une couche mince d'au moins un catalyseur choisi parmi le ruthénium et/ou le rhodium et/ou le palladium et/ou l'osmium et/ou l'iridium et/ou le platine et/ou un alliage contenant au moins l'un de ceux-ci.

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

| AL | Albanie | ES | Espagne | LS | Lesotho | SI | Slovénie |
|----|---------------------------|-----------|-----------------------|----|--------------------------|----|-----------------------|
| AM | Arménie | Fī | Finlande | LT | Lituanie | SK | Slovaquie |
| AT | Autriche | FR | France | LU | Luxembourg | SN | Sénégal |
| AÜ | Australie | GA | Gabon | LV | Lettonie | SZ | Swaziland |
| AZ | Azerbaldjan | GB | Royanme-Uni | MC | Monaco | TD | Tchad |
| BA | Bosnie-Herzégovine | GE | Géorgie | MD | République de Moldova | TG | Togo |
| BB | Barbade | GH | Ghana | MG | Madagascar | TJ | Tadjikistan |
| BE | Belgique | GN | Guinée | MK | Ex-République yougoslave | TM | Turkménistan |
| BF | Burkina Faso | GR | Grèce | | de Macédoine | TR | Turquie |
| BG | Bulgarie | HŲ | Hongrie | ML | Mali | TT | Trinité-et-Tobago |
| BJ | Bénin | IB | Irlande | MN | Mongolie | UA | Ukraine |
| BR | Brésil | IL | Israēl | MR | Mauritanie | UG | Ouganda |
| BY | Bélarus | IS | Islande | MW | Malawi | US | Etats-Unis d'Amérique |
| CA | Canada | IT | Italie | MX | Mexique | UZ | Ouzbékistan |
| CF | République centrafricaine | JP | Japon | NE | Niger | VN | Viet Nam |
| CG | Congo | KE | Kenya | NL | Pays-Bas | YU | Yougoslavie |
| СН | Suisse | KG | Kirghizistan | NO | Norvège | zw | Zimbabwe ~ |
| CI | Côte d'Ivoire | KР | République populaire | NZ | Nouvelle-Zélande | | |
| CM | Cameroun | | démocratique de Corée | PL | Pologne | | |
| CN | Chine | KR | République de Corée | PT | Portugal | | |
| CU | Cuba | ΚZ | Kazakstan | RO | Roumanie | | |
| cz | République tchèque | LC | Sainte-Lucie | RU | Fédération de Russie | | |
| DE | Allemagne | LI | Liechtenstein | SD | Soudan | | |
| DK | Danemark | LK | Sri Lanka | SE | Suède | | |
| RE | Estonie | LR | Libéria | SG | Singapour | | • |

Agencement et procédé pour améliorer le vide dans un système à vide très poussé.

La présente invention concerne des perfectionnements apportés en vue d'améliorer le vide dans un système à vide très poussé (ultravide) comprenant une enceinte susceptible de relâcher du gaz à sa surface.

5

10

15

20

25

30

35

Dans un système métallique étuvable dans lequel doit être réalisé un vide très poussé (c'est-à-dire un vide d'au moins 10-10 Torr, voire d'un ordre de grandeur de 10-13 à 10-14 Torr), les parois métalliques de l'enceinte à vide constituent une source inépuisable de gaz. L'hydrogène contenu dans le métal de construction (par exemple acier inoxydable, cuivre, alliage d'aluminium) diffuse librement dans l'épaisseur du métal et est relâché à la surface définissant l'enceinte. De même, lorsque les parois de la chambre à vide sont bombardées par des particules (rayonnement de synchroton, électrons ou ions) -comme c'est la cas dans les accélérateurs de particules-, il en résulte l'expulsion aussi d'espèces moléculaires plus lourdes, telles que CO, CO₂, CH₄, produites en surface après dissociation d'hydrocarbures, carbures et oxydes.

Le niveau de vide obtenu dans l'enceinte est donc défini par l'équilibre dynamique entre le dégazage à la surface définissant l'enceinte et la vitesse de pompage des pompes utilisées. L'obtention d'un vide élevé implique à la fois une grande propreté de la surface de l'enceinte réduisant l'émission de gaz et une vitesse de pompage élevée. Pour les systèmes à vide des accélérateurs de particules dont les chambres sont généralement de petite section, les pompes doivent être rapprochées les unes des autres ou bien il faut mettre en oeuvre un pompage continu, afin de surmonter la limitation de conductance.

Dans ces conditions, pour parvenir à obtenir un vide aussi poussé que possible, il est connu de compléter le vide produit par des pompes mécaniques en effectuant un pompage complémentaire, notamment à l'aide d'un getter disposé dans

2

l'enceinte : ce matériau est capable de produire des composés chimiquement stables par réaction avec les gaz présents dans une enceinte à vide (notamment H_2 , O_2 , CO, CO_2 , N_2) et cette réaction donne lieu à la disparition des espèces moléculaires concernées, ce qui correspond à un effet de pompage.

5

10

15

20

25

30

35

Toutefois, quel que soit le processus de pompage mis en oeuvre, et malgré l'efficacité du pompage réparti que permet d'effectuer la mise en oeuvre d'un getter non évaporable, le niveau de vide susceptible d'être obtenu dans l'enceinte reste défini par l'équilibre dynamique entre la vitesse de pompage (quels que soient les moyens mis en oeuvre) et le taux de dégazage de la surface métallique de l'enceinte (quelle qu'en soit la cause); autrement dit pour une vitesse de pompage donnée, le niveau de vide reste tributaire du taux de dégazage dans l'enceinte.

Pour améliorer la qualité de l'ultravide dans l'enceinte, il s'avère donc souhaitable de tenter de réduire sensiblement le taux de dégazage à la surface de la paroi métallique de l'enceinte, et par là même d'accroître sensiblement l'efficacité des moyens de pompage.

L'invention a donc pour but de proposer une solution perfectionnée qui permette de résoudre ces problèmes et qui réduise le taux de dégazage se produisant dans l'enceinte et accroisse notablement l'efficacité des moyens de pompage mis en oeuvre, en permettant d'aboutir, de façon plus économique, à des vides très poussés ou ultravides (par exemple de l'ordre de 10⁻¹⁰ à 10⁻¹³ Torr).

A ces fins, il est proposé conformément à l'invention un agencement perfectionné permettant d'améliorer l'obtention d'un vide très poussé (ultravide) dans une enceinte métallique susceptible de relâcher du gaz à sa surface, consistant en un revêtement déposé sur au moins la quasi totalité de la surface de la paroi métallique définissant l'enceinte, qui se caractérise en ce que le revêtement comprend au moins une sous-couche de getter non évaporable

3

déposée sur ladite surface de la paroi métallique définissant l'enceinte et, sur cette sous-couche, au moins une couche mince d'au moins un catalyseur choisi parmi le ruthénium et/ou le rhodium et/ou le palladium et/ou l'osmium et/ou l'iridium et/ou le platine et/ou un alliage contenant au moins l'un de ceux-ci.

5

10

15

20

25

30

35

Grâce à la mise en oeuvre d'un tel agencement, on bénéficie d'un avantage essentiel, dans le cadre de la présente invention, des corps catalyseurs utilisables qui réside dans leur faible oxydation : lorsque ces catalyseurs sont exposés à l'air, ils ne réagissent que très faiblement avec l'oxygène à leur surface et il n'est donc plus besoin de procéder à une étape d'activation par chauffage en vue d'éliminer la couche de passivation.

Il en résulte également un autre avantage résidant dans la durée de vie en principe illimitée de la couche de catalyseur, puisque l'absorption de gaz est thermiquement réversible.

Cette couche de catalyseur constitue un écran qui inhibe le dégazage du métal de la paroi de l'enceinte, sans en produire à son tour. En outre, dans les chambres des accélérateurs de particules, c'est cette couche qui subit les impacts des particules ou du rayonnement de synchrotron et qui, formant écran, empêche la libération d'espèces moléculaires susceptible de polluer le vide dans l'enceinte. Il en résulte que, par ce moyen, on empêche, au moins dans une grande mesure, le dégazage, quelle qu'en soit la cause, dans l'enceinte.

Enfin, un catalyseur tel que précité est apte à procurer un effet de pompage de surface d'espèces moléculaires présentes dans l'enceinte.

On a trouvé que les résultats les plus intéressants étaient obtenus avec des alliages de palladium, et plus particulièrement avec l'alliage palladium-argent.

Le dépôt de la couche de catalyseur sur la surface de la paroi métallique de l'enceinte peut s'effectuer par

tout moyen approprié connu de l'Homme de Métier et efficace dans le contexte technique considéré, notamment par dépôt électrolytique ou par pulvérisation cathodique, comme cela sera expliqué plus loin.

Il faut toutefois noter que le catalyseur présente un aspect défavorable qui réside dans le fait que, contrairement à un getter non évaporable, le catalyseur ne procure qu'un effet de pompage sélectif : autrement dit, il est capable de pomper certaines espèces moléculaires : H₂ et CO, mais pas toujours d'autres espèces moléculaires : N₂ et CO₂. Toutefois, cette sélectivité peut, dans certaines applications plus particulièrement envisagées (chambres à vide d'accélérateur de particules), ne pas se révéler rédibitoire du fait que les espèces moléculaires H₂ et CO sont majoritaires.

Il faut en outre noter, au surplus, que les catalyseurs présentent un effet de pompage de l'espèce H₂ qui certes existe, mais reste limité sous basse pression. Toutefois, un abaissement de la température permet d'améliorer la quantité de H₂ pompée : de l'ordre d'une fraction seulement de couche moléculaire à la température ambiante d'environ 20°C, cette quantité croît à plus basse température. Par exemple, avec le palladium qui constitue un catalyseur actuellement préféré en raison des résultats procurés, la pression d'équilibre pour une monocouche d'hydrogène adsorbée en surface est de 10⁻⁷ Torr à la température ambiante, mais elle devient complètement négligeable à la température d'ébullition de l'azote liquide (77°K).

C'est pour remédier à l'insuffisance de la capacité de pompage du catalyseur vis-à-vis de certaines espèces moléculaires, telles que H₂ et ses isotopes, que l'on prévoit la mise en place d'une sous-couche de matériau getter non évaporable appliquée directement sur la paroi de l'enceinte. La ou les espèces moléculaires précitées, telles que l'hydrogène et ses isotopes, sont ainsi transférées de la surface exposée au vide, à travers la couche de cataly-

seur, jusqu'à la couche de getter non évaporable soit à la température ambiante sur un temps long, soit de façon accélérée sur un temps plus court, voire très court, en mettant en oeuvre un chauffage à une température d'environ 50 à 70°C. Ainsi, alors qu'à la température ambiante d'environ 20°C une couche de palladium saturée par H₂ permet d'atteindre un vide de 10⁻⁷ Torr seulement, en chauffant à 70°C le même catalyseur peut conduire à un vide de 10⁻¹³ Torr.

Pour ce qui est de la couche de getter non évaporable, du choix du ou des matériaux constitutifs et de son procédé de réalisation, on pourra avoir recours à toute solution connue de l'Homme de Métier et propre à donner satisfaction dans le cadre de la présente invention. Toutefois, de préférence et de façon très avantageuse, on pourra avoir recours aux dispositions exposées dans la demande de brevet FR 96 07 625 au nom de la Demanderesse, à laquelle on se reportera pour une information détaillée.

On rappellera seulement que le matériau NEG doit en particulier posséder un grand pouvoir d'absorption et une grande diffusivité pour l'hydrogène, avec si possible capacité à former une phase hydrure ; il doit, en outre, présenter une pression de dissociation de la phase hydrure inférieure à 10⁻¹³ Torr à environ 20°C. Le matériau doit également posséder une température d'activation aussi basse que possible, compatible avec les températures d'étuvage des systèmes à vide (environ 400°C pour les chambres en acier inoxydable, 200 - 250°C pour les chambres en cuivre et alliage d'aluminium) et compatible avec la stabilité du matériau à l'air, à environ 20°C; dans ces conditions, d'une façon générale la température d'activation doit être au plus égale à 400°C, mais pas inférieure à 150°C.

En définitive, le titane, le zirconium, le hafnium, le vanadium et le scandium qui présentent une limite de solubilité pour l'oxygène, à la température ambiante, supérieure à 2 % peuvent constituer des getter non évaporables appropriés pour constituer un revêtement en couche

6

mince dans le cadre de l'invention. On peut, bien entendu, retenir également tout alliage ou composé de ces corps entre eux, ou tout alliage ou composé d'un ou plusieurs de ces corps avec d'autres, de manière à combiner les effets obtenus, voire à obtenir des effets nouveaux ne résultant pas directement du cumul des effets individuels.

5

10

15

20

25

30

35

La mise en oeuvre d'une structure multicouche conformément à l'invention s'effectue de façon simple :

- on dépose au moins une couche mince de getter non évaporable sur au moins la quasi totalité de la surface de la paroi de l'enceinte ;
- on effectue ensuite un dépôt d'au moins une couche mince d'au moins un catalyseur sur ladite couche de getter, ledit catalyseur étant choisi parmi le ruthénium et/ou le rhodium et/ou le palladium et/ou l'osmium et/ou l'iridium et/ou le platine et/ou un alliage contenant au moins l'un de ceux-ci; on assemble l'enceinte avec un système à vide; et on fait le vide à l'aide du système de pompage.

Dans le cas préféré de dépôt par double pulvérisation cathodique, le dépôt de la couche NEG énoncée dans la première étape ci-desus est réalisée à l'aide d'au moins une première électrode appropriée pour la pulvérisation cathodique du getter comme indiqué dans le document FR 96 07 625. Puis, le dépôt achevé, cette première électrode est enlevée hors de l'enceinte et remplacée, avant d'aborder la seconde étape ci-dessus, par au moins une seconde électrode appropriée pour la pulvérisation cathodique du catalyseur. En raison de l'exposition de la couche de getter à l'atmosphère ambiante entraînée par cette substitution d'électrode, il est nécessaire de pomper, puis d'activer thermiquement la couche de getter avant d'effectuer le dépôt de la couche de catalyseur par pulvérisation cathodique.

Un exemple de mise en oeuvre pratique de ce procédé peut comprendre les étapes qui suivent :

 on nettoie l'enceinte ; on introduit un dispositif de dépôt de getter en couche mince à l'intérieur de l'enceinte;

7

on crée un vide relatif dans l'enceinte ; on effectue un étuvage de l'enceinte afin d'évacuer la plus grande partie possible de la vapeur d'eau ; puis on effectue le dépôt du getter en une couche mince sur au moins la plus grande partie de la surface de la paroi définissant l'enceinte ; - on rétablit la pression atmosphérique dans l'enceinte ; et on extrait le dispositif de dépôt du getter hors de l'enceinte et on introduit un dispositif de dépôt de catalyseur à l'intérieur de l'enceinte ;

5

15

20

25

30

35

- on crée un vide relatif dans l'enceinte ; on réalise un étuvage de l'installation à la température voulue tout en maintenant l'enceinte à une température inférieure à la température d'activation du getter ;

- on arrête l'étuvage de l'installation et simultanément on élève la température de l'enceinte jusqu'à la température d'activation du getter que l'on maintient pendant une durée prédéterminée (par exemple 1 à 2 heures); et enfin on ramène la température de l'enceinte à la température ambiante; à la fin de cette procédure, la surface de la couche mince de getter est propre et son dégazage thermique est fortement réduit;

- enfin on dépose au moins une couche de catalyseur sur la couche NEG.

Pour éviter les sujetions entraînées par le changement des électrodes (exposition de la couche de getter à l'atmosphère ambiante), on peut envisager de mettre en place, dès le départ, une électrode double comportant simultanément les deux matériaux NEG et catalyseur et excitable de façon séquentielle de sorte que le getter, puis le catalyseur peuvent être déposés successivement sans traitement intermédiaire du getter ; pour obtenir des dépôts homogènes sur toute la paroi de l'enceinte, une telle électrode peut être tournante.

Après la mise en place dans le système à vide définitif, la surface de la couche de catalyseur est en principe recouverte de quelques monocouches de vapeur d'eau

8

qui doivent être éliminées par pompage. L'élimination est plus rapide si le pompage est accompagné d'un étuvage du système à vide, par chauffage à une température d'au moins 120°C et jusqu'à 300°C si possible.

5

10

Un catalyseur mis en oeuvre sous la forme d'une couche telle que précitée s'étend sur toute la longueur de l'enceinte et conserve donc l'avantage d'un pompage réparti de façon uniforme. De plus, une couche de catalyseur conforme à l'invention n'occupe aucun espace sensible et offre l'avantage de procurer un effet de pompage sous un encombrement nul, ce qui permet sa mise en oeuvre même dans des cas où les contraintes géométriques interdiraient l'emploi d'un matériau de pompage sous forme de ruban.

9

REVENDICATIONS

1. Agencement permettant d'améliorer le vide dans un système à vide très poussé (ultravide) comprenant une enceinte métallique susceptible de relâcher du gaz à sa surface, consistant en un revêtement déposé sur au moins la quasi totalité de la surface de la paroi métallique définissant l'enceinte, caractérisé en ce que le revêtement comprend au moins une sous-couche de getter non évaporable déposée sur ladite surface de la paroi métallique définissant l'enceinte et, sur cette sous-couche, au moins une couche mince d'au moins un catalyseur choisi parmi le ruthénium et/ou le rhodium et/ou le palladium et/ou l'osmium et/ou l'iridium et/ou le platine et/ou un alliage contenant au moins l'un de ceux-ci,

5

10

15

20

25

30

35

ce grâce à quoi, sa surface ne s'oxydant que peu au contact de l'air, ladite couche de catalyseur n'est pas chargée en oxygène lorsqu'exposée à l'air et elle est apte à effectuer un pompage moléculaire d'au moins certaines espèces moléculaires présentes dans l'enceinte, tandis que certaines espèces moléculaires, telles que H₂ et ses isotopes, sont transférées à travers cette dernière dans la sous-couche de getter non évaporable et la capacité de pompage globale est celle de la sous-couche de getter non évaporable.

- 2. Agencement selon la revendication 1, caractérisé en ce que la couche mince de catalyseur est un alliage de palladium.
- Agencement selon la revendication 2, caractérisé en ce que le catalyseur est un alliage palladium-argent.
- 4. Agencement selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le getter non évaporable est choisi parmi le titane et/ou le zirconium et/ou le hafnium et/ou le vanadium et/ou le scandium et/ou un alliage ou composé comprenant au moins l'un de ceux-ci.
- 5. Agencement selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le revêtement est chauffé à une température d'environ 50 à 70°C, ce grâce à

quoi le transfert des gaz est accéléré.

5

20

25

30

6. Procédé pour la mise en oeuvre d'un catalyseur propre à créer un vide très poussé (ultravide) dans une enceinte définie par une paroi métallique susceptible de relâcher du gaz à sa surface,

caractérisé par la succession des étapes qui suivent :

- on dépose au moins une couche mince de getter non évaporable sur au moins la quasi totalité de la surface de la paroi de l'enceinte ;
- on effectue ensuite un dépôt d'au moins une couche mince d'au moins un catalyseur sur ladite couche de getter, ledit catalyseur étant choisi parmi le ruthénium et/ou le rhodium et/ou le palladium et/ou l'osmium et/ou l'iridium et/ou le platine et/ou un alliage contenant au moins l'un de ceux-ci;
- on assemble l'enceinte avec un système à vide ; et
 on fait le vide à l'aide du système de pompage.
 - 7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que le catalyseur est déposé par pulvérisation cathodique sur une couche de getter non évaporable, lui aussi préalablement déposé par pulvérisation cathodique sans exposition à l'atmosphère ambiante entre les deux dépôts.
 - 8. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que la couche de getter non évaporable, déposée par pulvérisation cathodique et exposée ensuite à l'atmosphère ambiante, est enfin pompée et activée thermiquement avant le dépôt de la couche de catalyseur par pulvérisation cathodique.
 - 9. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'en même temps qu'on fait le vide à l'aide du système de pompage, on effectue un étuvage du système à vide par chauffage à une température d'au moins 120°C.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

rnational Application No PCT/EP 98/00978

| A. CLASSIF IPC 6 | FICATION OF SUBJECT MATTER B01J3/00 C23C28/02 H01J7/ | 18 C23C14/56 | |
|-------------------------|--|---|---|
| According to | International Patent Classification(IPC) or to both national classi | fication and IPC | |
| B. FIELDS | SEARCHED | | |
| Minimum do IPC 6 | cumentation searched (classification system totlowed by classific C23C B01J H01J | ation symbols) | · |
| | ion searched other than minimum documentation to the extent tha | | |
| Electronic da | ata base consulted during the international search (name of data | base and, where practical, search terms used | |
| C. DOCUME | ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | ···· | <u> </u> |
| Category ° | Citation of document, with indication, where appropriate, of the | relevant passages | Relevant to claim No. |
| A | PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 016, no. 043 (C-0907), 4 F 1992 & JP 03 247778 A (ULVAC JAPAN Navember 1991 | | 1-9 |
| | November 1991, see abstract | | |
| Α | US 4 000 335 A (STAHL HERBERT A December 1976 see claims 1-4 | N) 28 | 1-9 |
| Α | US 3 630 690 A (COPPOLA PATRICK December 1971 see the whole document | (P) 28 | 1-9 |
| | | -/ | · |
| | | | |
| X Funt | ner documents are listed in the continuation of box C. | Patent family members are listed | in annex. |
| ² Special ca | tegories of cited documents : | T later document published after the inte | ernational filing date |
| consid | ent defining the general state of the art which is not lered to be of particular relevance | or priority date and not in conflict with cited to understand the principle or the invention | the application but |
| "E" earlier o | document but published on or after the international late | "X" document of particular relevance; the cannot be considered novel or canno | t be considered to |
| which citation | ent which may throw doubts on priority claim(s) or is cited to establish the publicationdate of another in or other special reason (as specified) | involve an inventive step when the di "Y" document of particular relevance; the cannot be considered to involve an in document is combined with one or m | ocument is taken alone claimed invention nventive step when the |
| other in | ent refering to an oral disclosure, use, exhibition or means ent published prior to the international filing date but han the priority date claimed | ments, such combination being obvic in the art. "&" document mamber of the same patent | ous to a person skilled |
| | actual completion of theinternational search | Date of mailing of the international se | arch report |
| | July 1998 | 10/07/1998 | |
| Name and r | maiting address of the ISA | Authorized officer | |
| | European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijawijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo ni, Fax: (+31-70) 340-3016 | Ekhult, H | |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

#mattonal Application No PCT/EP 98/00978

| | T/EP 98/009/8 |
|---|--|
| Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| | |
| PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 013, no. 579 (C-668), 20 December 1989 & JP 01 242134 A (HITACHI LTD), 27 September 1989, see abstract | 1-9 |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| · | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | |
| | PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 013, no. 579 (C-668), 20 December 1989 & JP 01 242134 A (HITACHI LTD), 27 September 1989, |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

national Application No PCT/EP 98/00978

| | | iniom | nation on patent family mem | pers | PCT/EP 98/00978 | | |
|--------------|---------------------------------|-------|-----------------------------|-------------------------|-----------------|------------------|--|
| Pat cited | ent document in search repor | t | Publication date | Patent family member(s) | | Publication date | |
| US | 4000335 | A | 28-12-1976 | NONE | | | |
| US | 3630690 | Α | 28-12-1971 | NONE | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | • | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | • | |

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

eande Internationale No

| A. CLASSE | MENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE | | |
|---------------|--|--|---|
| CIB 6 | B01J3/00 C23C28/02 H01J7/18 | C23C14/56 | |
| | | | |
| | | | |
| Selon la cias | suffication internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classifica | tion nationale et la CIB | |
| | ES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE | | |
| CIB 6 | ion minimale consultée (système de classification suivi des symboles de C23C B01J H01J | classement) | |
| CIDO | C23C B010 N010 | | |
| | | | |
| Documentat | ion consultee autre que la documentation minimale dans la mesure où c | es documents relèvent des domaines su | r lesquels a porte la recherche |
| | | | |
| | | | |
| Base de dor | nnees electronique consultée au cours de la recherche internationale (n | om de la base de données, et si cela est | réalisable, termes de recherche |
| utilisės) | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| C. DOCUM | ENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS | | |
| Catégone ' | Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication de | s passages pertinents | no. des revendications visées |
| | | | |
| Α | PATENT ABSTRACTS OF JAPAN | | 1-9 |
| | vol. 016, no. 043 (C-0907), 4 févr | ier 1992 | |
| | & JP 03 247778 A (ULVAC JAPAN LTD |), 5 | |
| | novembre 1991, | | |
| | voir abrégé | | |
| | | 8 | 1_0 |
| А | US 4 000 335 A (STAHL HERBERT A) 2 décembre 1976 | 8 | 1-9 |
| | voir revendications 1-4 | | |
| | voir revenuications 1-4 | | |
| Α | US 3 630 690 A (COPPOLA PATRICK P) | 28 | 1-9 |
| ' | décembre 1971 | 20 | |
| | voir le document en entier | | į |
| | | | |
| | -/ | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| 1 | | | |
| | | | |
| X Voir | la suite du cadre C pour la finde la liste des documents | X Les documents de familles de bre | evets sont indiqués en annexe |
| ° Catégorie | s spéciales de documents cités: | document uttérieur publié après la date | de dépôt international ou la |
| "A" docum | ent définissant l'état général de latechnique, non | date de priorité et n'appartenenant pa technique pertinent, mais cité pour co | is à l'état de la |
| consid | téré comme particulièrement pertinent | ou la théorie constituant la base de l'i | |
| | ent antérieur, mais publié à la date dedépôt international "X rès cette date | " document particulièrement pertinent; f être considérée comme nouvelle ou d | 'invention revendiquée ne peut comme impliquant une activité |
| | ent pouvant jeter un doute sur une revendication de é ou cité pour déterminer la date depublication d'une | inventive par rapport au document co | onsidéré isolément |
| autre | citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) | document particulièrement pertinent; l ne peut être considérée comme impt | iquant une activité inventive |
| | ent se référant à une divulgation orale, à un usage, à xposition ou tous autres moyens | lorsque le document est associé à un documents de même nature, cette co | ou plusieurs autres |
| "P" docum | ent publié avant la date de dépôtimemational, mais | pour une personne du métier document qui fait partie de la même fa | amillada braveta |
| | | | |
| Date à taqu | elle la recherche internationale a étéeffectivement achevée | Date d'expédition du présent rapport | se recherche internationale |
| ١ . | 4.413-4 1000 | 10/07/1000 | |
| L 3 | juillet 1998 | 10/07/1998 | |
| Nom et adre | asse postale de l'administrationchargée de la recherche internationale | Fonctionnaire autorisé | |
| | Office Européen das Brevets, P.B. 5818 Patentiaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk | | - |
| | Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl. Fax: (+31-70) 340-3016 | Ekhult, H | |

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

PCT/EP 98/00978

| Clauder C | OCHMENTS CONCIDEDES COMME DEDTINENTS | PCIZER 98 | | | | |
|---|--|-----------|-----|--|--|--|
| C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS Catégorie Identification des documents cités, avec le cas échéant, l'indicationdes passages pertinents no. des revendications visée | | | | | | |
| | | | | | | |
| A | PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 013, no. 579 (C-668), 20 décembre 1989 & JP 01 242134 A (HITACHI LTD), 27 septembre 1989, voir abrégé | | 1-9 | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatins aux membres de familles de brevets

PCT/FP 98/00978

| | | | | PCT/EP 98/00978 | | |
|---|---|---------------------|--------------------------------------|---------------------|---|--|
| Document brevet cité au rapport de recherche | | Date de publication | Membre(s) de la famille de brevet(s) | Date de publication | | |
| US 4000335 | A | 28-12-1976 | AUCUN | | | |
| US 3630690 | A | 28-12-1971 | AUCUN | | - | |
| | | | | | - | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | , | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| , | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | · | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | • | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | - | | | | |